

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-331185

(43)Date of publication of application : 19.12.1995

(51)Int.Cl.

C09J 4/02

C09J 4/02

(21)Application number : 06-145773

(71)Applicant : DAIBONDO KOGYO KK  
KYORITSU KAGAKU SANGYO KK

(22)Date of filing : 06.06.1994

(72)Inventor : YOKOYAMA AKIYOSHI  
NUNOGAMI HIDEJI  
SASAKI SHINGO

## (54) TWO-PACK ACRYLIC REACTIVE ADHESIVE COMPOSITION

## (57)Abstract:

PURPOSE: To provide a two-pack acrylic reactive adhesive composition markedly improved in reactivity and shortened in a curing time without detriment to various properties, such as adhesiveness and storage stability.

CONSTITUTION: This composition comprises pack A comprising at least either an acrylic monomer or a methacrylic monomer, at least either of its oligomer or its polymer and a peroxide and pack B comprising at least either an acrylic monomer or a methacrylic monomer, at least either its oligomer or its polymer and a cure accelerator, wherein 0.1-10wt.%, based on the total weight of packs A and B, t-butylphenol resin as a cure accelerator aid is added to at least either pack A or pack B.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 11.12.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 20.04.2004

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-331185

(43) 公開日 平成7年(1995)12月19日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup> C 0 9 J 4/02	識別記号 J B M J B Q	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
---	------------------------	--------	-----	--------

審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平6-145773

(22) 出願日 平成6年(1994)6月6日

(71) 出願人 591158690

ダイアボンド工業株式会社

東京都台東区東上野3-15-5 (曾我ビル)

(71) 出願人 000162434

協立化学産業株式会社

東京都千代田区内神田1-16-15

(72) 発明者 横山 曉良

神奈川県愛甲郡愛川町中津4085 ダイアボンド工業株式会社厚木工場内

(74) 代理人 弁理士 大島 道男

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 二液性アクリル反応型接着剤組成物

(57) 【要約】

【目的】二液性アクリル反応型接着剤の強度、貯蔵安定性等の各種性能を損なうことなく、反応性を大幅に改善して硬化時間の短縮化を可能とする二液性アクリル反応型接着剤組成物を提供する。

【構成】A剤

① アクリルモノマー、メタクリルモノマーの1種以上

② オリゴマー、重合体の1種以上

③ 過酸化物

B剤

① アクリルモノマー、メタクリルモノマーの1種以上

② オリゴマー、重合体の1種以上

③ 硬化促進剤

からなる二液性接着剤において、A剤、B剤の少なくとも一方に硬化促進剤としてメーブチルフェノール樹脂をA剤、B剤の総量に対して0.1～10重量%加えた。

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】 A剤

① アクリルモノマー、メタクリルモノマーの1種以上

② オリゴマー、重合体の1種以上

③ 有機過酸化物

およびB剤

① アクリルモノマー、メタクリルモノマーの1種以上

② オリゴマー、重合体の1種以上

③ 硬化促進剤

からなる二液性反応型接着剤において、A剤、B剤の少なくとも一方に硬化促進剤として $\alpha$ -ブチルフェノール樹脂をA剤、B剤の総量に対して0.1～10重量%加えたことを特徴とする二液性アクリル反応型接着剤組成物。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、二液性アクリル反応型接着剤組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】二液性アクリル反応型接着剤の反応（硬化）機構としては、有機過酸化物、例えば過安息香酸、過酢酸などを分解してラジカルを発生させ、アクリルモノマーを重合させて硬化させるのが一般的であるが、この硬化を促進させるために様々の硬化促進剤が使用されている。一例を示せば、レドックス触媒系、アミン・アルデヒド縮合物系、N-N'-ジメチルアニリンなどのアニリン系、ナフテン酸コバルト等の金属石鹸、ジメチルトルイジン等のトルイジン系、チオウレア等のウレア系、メルカプトベンゾイミダゾール等のチオアミド系、鉄-ポリアミン錯体系、フタロシアニン鉄等のフタロシ

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、これらの従来の硬化促進剤では、近年、要求が高まる硬化時間の短縮化に対して未だ十分に満足することができないため、接着剤の反応性を一層向上せしめて硬化時間の短縮化の努力が要望されている。本発明は二液性アクリル反応型接着剤の強度、貯蔵安定性等の各種性能を損なうことなく、反応性を大幅に改善して硬化時間の短縮化を可能とする二液性アクリル反応型接着剤組成物を提供することを目的とするものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明の二液性アクリル反応型接着剤組成物は、かかる目的を達成するものであって、A剤

① アクリルモノマー、メタクリルモノマーの1種以上

② オリゴマー、重合体の1種以上

③ 有機過酸化物

およびB剤

① アクリルモノマー、メタクリルモノマーの1種以上

② オリゴマー、重合体の1種以上

③ 硬化促進剤

からなる二液性接着剤において、A剤、B剤の少なくとも一方に硬化促進剤として $\alpha$ -ブチルフェノール樹脂2をA剤、B剤の総量に対して0.1～10重量%加えたことを特徴とするものである。

【0005】以下、本発明の構成を具体的に説明する。本発明の接着剤組成物は、ともにアクリルモノマー、メタクリルモノマーの1種以上とオリゴマー、重合体の1種以上とを含有する二液（A剤、B剤）からなるものであり、A剤には、さらに有機過酸化物を含有しており、B剤には硬化促進剤を含有していて、さらに、少なくとも一方の液には硬化促進剤を含有している。

【0006】A剤とB剤に含有させるアクリルモノマー、メタクリルモノマーとしては、アクリル酸、メタクリル酸、2-ヒドロキシエチルメタクリレート等のヒドロキシアルキルメタクリレート、エチレングリコールジメタクリレート等のモノ～ポリエチレングリコールジメタクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、グリシジルメタクリレート、メチルメタクリレート等の $C_1 \sim C_{10}$ のアルキルメタクリレート、アクリロニトリル・ブタジエン共重合体等のアクリル系共重合体等をあげることができる。

【0007】また、A剤とB剤に含有させるオリゴマーとしては、ウレタンアクリレート、エポシアクリレート、ポリエステルアクリレート等があげられる。重合体としては、ポリメタクリル酸エステル、ポリアクリル酸エステル、ポリスチレン、ABS樹脂、ポリビニルクロリド、各種合成ゴム、ポリエステル樹脂等または共重合体があげられる。

【0008】A剤に含有させる過酸化物は重合開始剤であり、該物質としては過酸化ベンゾイル、メチルエチルケトンパーオキサイド、シクロヘキサノンパーオキサイド、クメンハイドロパーオキサイド、 $\alpha$ -ブチルハイドロパーオキサイド、ジ $\alpha$ -ブチルハイドロパーオキサイド、ジクミルパーオキサイド、テトラメチルハイドロパーオキサイドなどがあげられる。

【0009】B剤に含有させる硬化促進剤は、重合・硬化を促進するものであって、レドックス触媒系、金属石鹸、鉄フタロシアニン等のフタロシアニン化合物、鉄-ポリアミン錯体等があげられ、特にフタロシアニン化合物が好適である。

【0010】A剤とB剤の少なくとも一方に含有させる $\alpha$ -ブチルフェノール樹脂は前述の硬化促進剤と併用することにより重合・硬化をさらに促進するものである。この硬化促進剤は、全接着剤に対する配合比率で0.1～10重量%、好ましくは0.5～5重量%であって、0.1重量%未満の場合には促進硬化はほとんど認められず、10重量%を超える場合には硬化時間は早くならないばかりでなく、引っ張りせん断強度が低くな

る。

【0011】なお、本発明の接着剤には、必要に応じて他の添加剤も添加することも可能である。本発明のA剤とB剤は、二液を混合してから接着個所に塗布して使用してもよいが、必ずしもこれに限らず、接着個所にそれぞれ塗布した後、接合しても良好な接着が可能である。

【0012】

【作用】本発明の二液性アクリル反応型接着剤組成物は、ともにアクリルモノマー、メタクリルモノマーの1種以上とオリゴマー、重合体の1種以上とを含有する二液（A剤、B剤）からなるものであり、A剤には、さらに有機過酸化物を含有しており、B剤には硬化促進剤を含有しているため、接着強度が大きく、酸を使用しなくても硬化するため、金属に対しての腐食がなく、貯蔵安定性が良く、常温で貯蔵できるなどの利点を有するほか、さらに、A剤、B剤の少なくとも一方の液には硬化促進剤として $\alpha$ -ブチルフェノール樹脂0.1~10重量%を含有しているため、反応性が大幅に改善され、硬化・重合時間が大幅に短縮されることとなる。

【0013】

【実施例】次に、本発明を実施例によってさらに詳細に説明する。

【0014】実施例1

メチルメタクリレート200重量部、2-ヒドロキシエチルメタクリレート600重量部、 $\alpha$ -ブチルフェノール樹脂10重量部、アクリロニトリル・ブタジエン共重合体150重量部、クメンハイドロパーオキシサイド50重量部の配合組成を攪拌機付き溶解缶で均一溶液となるまで攪拌混合してA剤を作成し、メチルメタクリレート240重量部、2-ヒドロキシエチルメタクリレート600重量部、アクリロニトリル・ブタジエン共重合体150重量部、鉄フタロシアニン10重量部の配合組成によりA剤と同様にしてB剤を作成した。得られたA剤とB剤とを用いて接着試験を行った。接着試験としては、硬化時間および引っ張りせん断強度を下記の方法によって測定した。

【0015】接着試験

(1) 硬化時間

表面をトリクロルエチレンで脱脂した厚さ1.6mm、幅25mm、長さ100mmの冷間圧延鋼板を用意した。この鋼板に前記A液およびB液を等量ずつそれぞれ別々に塗布し、次いでこれらを接合し（接合長さ25mm）、接合部が手で引き剥がせなくなるまでの時間を測定し、硬化時間とした。

(2) 引っ張りせん断強度

前記と同様の鋼板を同様に接合し（接合長さ12.5mm）、室温で3日放置した後、テンシロン引っ張り試験機（オリエンテック社製）を用いて引っ張り速度5mm/minで引っ張りせん断強度を測定した。得られた結果は表1に示したように、引っ張り強度が優れているとともに、硬化

時間が非常に短いものであった。

【0016】

【表1】

	硬化時間 (min)	引っ張り強度 (Kg/cm <sup>2</sup> )
実施例1	11	270
比較例1	70	260
実施例2	21	258
実施例3	11	260
実施例4	12	243
実施例5	15	229
比較例2	70	255
比較例3	22	165

【0017】比較例1

$\alpha$ -ブチルフェノール樹脂を用いない以外は実施例1と同様のA剤と、実施例1と同様のB剤を作成した。得られたA剤とB剤とを用いて接着試験を行った結果は表1に示したように、引っ張り強度は優れているが、硬化時間が著しく長いものであった。

【0018】実施例2

メチルメタクリレート200重量部、2-ヒドロキシエチルメタクリレート600重量部、 $\alpha$ -ブチルフェノール樹脂3重量部、アクリロニトリル・ブタジエン共重合体150重量部、クメンハイドロパーオキシサイド60重量部の配合組成によりA剤を作成し、メチルメタクリレート240重量部、2-ヒドロキシエチルメタクリレート600重量部、アクリロニトリル・ブタジエン共重合体150重量部、鉄フタロシアニン10重量部の配合組成によりB剤を作成した。得られたA剤とB剤とを用いて接着試験を行った結果は表1に示したように、引っ張り強度が優れているとともに、硬化時間が非常に短いものであった。

【0019】実施例3

$\alpha$ -ブチルフェノール樹脂3重量部を10重量部とする以外は実施例2と同様のA剤と、実施例2と同様のB剤を作成した。得られたA剤とB剤とを用いて接着試験を行った結果は表1に示したように、引っ張り強度が優れているとともに、硬化時間が非常に短いものであった。

【0020】実施例4

$\alpha$ -ブチルフェノール樹脂3重量部を100重量部とする以外は実施例2と同様のA剤と、実施例2と同様のB剤を作成した。得られたA剤とB剤とを用いて接着試験を行った結果は表1に示したように、引っ張り強度が優れているとともに、硬化時間が非常に短いものであった。

【0021】実施例5

$\alpha$ -ブチルフェノール樹脂3重量部を200重量部とする以外は実施例2と同様のA剤と、実施例2と同様のB

剤を作成した。得られたA剤とB剤とを用いて接着試験を行った結果は表1に示したように、引っ張り強度が優れているとともに、硬化時間が非常に短いものであった。

## 【0022】比較例2

トープチルフェノール樹脂3重量部を0.1重量部とする以外は実施例2と同様のA剤と、実施例2と同様のB剤を作成した。得られたA剤とB剤とを用いて接着試験を行った結果は表1に示したように、引っ張り強度は優れているが、硬化時間が著しく長いものであった。

## 【0023】比較例3

トープチルフェノール樹脂3重量部を300重量部とする

＊る以外は実施例2と同様のA剤と、実施例2と同様のB剤を作成した。得られたA剤とB剤とを用いて接着試験を行った結果は表1に示したように、引っ張り強度が劣るものであった。

## 【0024】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明によれば、引っ張り強度等の接着剤としての性能を損なうことなく、硬化時間の大幅な短縮を可能にするものである。また、二液の混合を必要とせず、酸を使わなくても硬化するので、金属に対する腐食も無く、貯蔵安定性が良く、毒性が無く、価格も安価であるという経済性、作業性その他にも大きな利点を有するものである。

フロントページの続き

(72)発明者 布上 秀二

神奈川県愛甲郡愛川町中津4085 ダイアボ  
ンド工業株式会社厚木工場内

(72)発明者 佐佐木 新吾

神奈川県愛甲郡愛川町中津4085 ダイアボ  
ンド工業株式会社厚木工場内